

**No title available**

**Publication number:** DE2147321  
**Publication date:** 1972-03-30  
**Inventor:**  
**Applicant:** DEXTER CORP (US)  
**Classification:**  
- **International:** D01D5/40; D01D5/00; (IPC1-7): C08F29/00  
- **European:** D01D5/40; D21H5/20  
**Application number:** DE19712147321 19710922  
**Priority number(s):** US19700074722 19700923

**Also published as:**

 NL7113133 (A)  
 GB1297749 (A)  
 FR2107893 (A1)  
 BE772853 (A)  
 SE374772 (B)

[more >>](#)[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE2147321

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



(10)

## Offenlegungsschrift 2147 321

(21)

Aktenzeichen: P 21 47 321.2

(22)

Anmeldetag: 22. September 1971

(43)

Offenlegungstag: 30. März 1972

## Ausstellungsriorität:

(30) Unionspriorität

(32) Datum: 23. September 1970

(33) Land: V. St. v. Amerika

(31) Aktenzeichen: 74722

(54) Bezeichnung: Thermoplastisches, heißsiegelfähiges, zusammengesetztes Material, damit ausgerüsteter Faserstoff sowie Verfahren zu deren Herstellung

(61) Zusatz zu: —

(62) Ausscheidung aus: —

(71) Anmelder: The Dexter Corp., Windsor Locks, Conn. (V. St. A.)

Vertreter gem. § 16 PatG: Glawe, R., Dr.-Ing.; Delfs, K., Dipl.-Ing.;  
Moll, W., Dipl.-Phys. Dr. rer. nat.; Patentanwälte,  
8000 München und 2000 Hamburg(72) Als Erfinder benannt: Malcolm, Earl Walter, Bloomfield;  
Hazard jun., Sherill John, West Suffield; Conn. (V. St. A.)

DT 2147 321

PATENTANWÄLTE

2147321

DR.-ING. RICHARD GLAWE · DIPLO.-ING. KLAUS DELFS · DIPLO.-PHYS. DR. WALTER MOLL

MÜNCHEN

HAMBURG

MÜNCHEN

8 MÜNCHEN 26  
POSTFACH 37  
LIEBHERRSTR. 20  
TEL. (0811) 22 65 48

2 HAMBURG 52  
WALTZSTR. 12  
TEL. (0411) 89 22 55

IHR ZEICHEN

IHRE NACHRICHT VOM

UNSER ZEICHEN

MÜNCHEN

A 61

BETRIFFT:

THE DEXTER CORPORATION  
Windsor Locks, Connecticut / USA

Thermoplastisches, heißsiegelfähiges, zusammengesetztes  
Material, damit ausgerüsteter Faserstoff sowie  
Verfahren zu deren Herstellung

Die Erfindung betrifft ein thermoplastisches, heißsiegel-  
fähiges Material zur Erzeugung von Heißversiegelungseigenschaf-  
ten in einem in Wasser papiermäßig hergestelltem (waterlaid),  
insbesondere ungeleimten, bahnförmigen Fasermaterial. Ein sol-  
ches Fasermaterial wird im folgenden der Einfachheit halber  
als Papier bzw. Papiermaterial bezeichnet, was jedoch nicht

als Papier im engeren Sinne zu verstehen ist. Die Erfindung betrifft weiterhin ein heiß versiegelbares, für Infusionszwecke geeignetes Bahnmaterial, insbesondere Papiermaterial, welches das thermoplastische, heißsiegelfähige Material nach der Erfindung enthält, und Verfahren zur Herstellung des thermoplastischen Materials und des damit ausgerüsteten Faserstoffs.

Es ist bekannt, daß faseriges Papiermaterial zur Verwendung als Verpackungsmaterial zu Infusionszwecken bei der Herstellung von Teeaufgußbeuteln u. dgl. geeignet ist. Seit vielen Jahren sind eine Reihe von Versuchen unternommen worden, Papiermaterial der vorstehend beschriebenen Art heißsiegelfähige Eigenschaften zu verleihen, wodurch eine Heißsiegelung des Aufgußbeutels an seinen Rändern möglich wird, während sich gleichzeitig eine Beeinflussung oder Verschlechterung der Infusionseigenschaften des Papiers vermeiden läßt. Bei der Verwendung für Teebeutel o. dgl. ist es notwendig, eine wirksame Siegelung zu erreichen, die beim Eintauchen in heißem oder kochendem Wasser auch für einen erheblich längeren Zeitraum beständig ist. Ursprünglich wurde dies dadurch erreicht, daß eine granulierte oder gepulverte, thermoplastische, heißsiegelfähige Masse auf einer Oberfläche eines vorher geformten, porösen Papiermaterials verteilt und das granulierte Material teilweise geschmolzen wurde, wodurch es auf dem Papier hafte, ohne dessen poröse Struktur zu zerstören. Das allgemein verwendete thermoplastische Harz bestand aus einem Vinylchlorid-

2147321

3

Vinylacetat-Copolymeren, das in gepulverter Form leicht zugänglich ist. Leider stand das Harz nicht als feines Pulver zur Verfügung und führte bei dem Papier nicht nur zu einer außerordentlich rauen Oberflächenbeschaffenheit, sondern auch zu unästhetisch wirkenden, durchscheinenden, auf dem Papier verteilten Flecken. Beim

209814/1492

- 2a -

anfänglichen Erhitzen des Copolymeren zur Erzielung einer besseren Haftung des Harzes auf der faserigen Papierstruktur schrumpfte das Harz außerdem ein, wodurch es unerwünschterweise agglomerierte oder verklumpte (balling). Weiterhin neigte das geschmolzene Harz dazu, die Flüssigkeitsinfusionsgeschwindigkeit durch das Papier herabzusetzen. Schließlich ergaben sich noch Probleme dadurch, daß das Harz sich an den Schweißbacken der Versiegelungsmaschine ansammelte. Obwohl das Copolymeren auch durch diskontinuierliche Walzenauftragung oder ähnliche Maßnahmen auf das vorgeformte Papier gebracht werden konnte, waren auf diese Weise behandelte Materialien kommerziell nie besonders erfolgreich.

In der US-PS 2 414 833 ist ein in hohem Maße poröses, in Wasser hergestelltes Papiermaterial beschrieben, welchem das heißversiegelnde Vinylharz in Faserform zugesetzt ist. Die thermoplastischen Fasern sind mindestens etwa 1,6 mm lang und werden während der Papierherstellung mit den Zellulosefasern mechanisch verschlungen. Dadurch läßt sich ein Ausmaß des kontrollierten Vermengens im Gewebe erreichen, das mit dem bisher verwendeten Pulver nicht zu erreichen ist. Die heißversiegelnden Fasern können im Gewebe verteilt werden, werden jedoch vorzugsweise hauptsächlich an einer Oberfläche des Papiermaterials angeordnet.

Obwohl die in den Papiermaterialien verwendeten copolymeren Vinylharze nach den entsprechenden FDA-Richtlinien ge-

nehmigt wurden, konnten Teeprüfer immer geringe Spuren von Material feststellen, das in dem zur Teesbereitung verwendeten heißen oder kochenden Wasser von dem Harz abgegeben wird. Infolge dieser erkennbaren und geschmacksbeeinträchtigenden Eigenschaften suchte man nach verbesserten Siegelmethoden und auch nach anderen thermoplastischen Materialien zur Verwendung als heißsiegelfähige Komponente in derartigen Papiermaterialien.

In diesem Zusammenhang wurden einige Verbesserungen im Vergleich zu copolymerpulver-beschichtetem Papier erzielt, indem das Copolymer durch Polyäthylen und ähnliche thermoplastische Polyolefinpulver ersetzt wurde, welche die unerwünschten geschmacksbeeinträchtigenden Eigenschaften nicht mehr aufwiesen. Weil Polyäthylen eine kleinere spezifische Dichte als 1 aufweist, wird es im allgemeinen auf ein vorgeformtes Papier in Pulverform oder als gleichförmige dünne Schicht oder Folie, die nachträglich durch Hitzeschrumpfung zerstört wird, aufgetragen. Leider zeigt ein auf diese Weise mit Polyäthylenpulver behandeltes Papier viele der gleichen Nachteile, wie sie auch vorher bei mit Pulver überzogenen Materialien auftraten. Das Pulver bleibt beispielsweise nicht auf einer Seite des Papiers haften. Außerdem ist es schwierig, das gepulverte Polyäthylen in geeigneter Weise auf das Papier aufzuschmelzen, ohne daß gleichzeitig durch die Hitzeeinwirkung Abbauerscheinungen im Papiermaterial auftreten.

Mit Hilfe beider bisher beschriebener Verfahren, d.h. mit Pulver oder Filmen, die nachträglich zerstört werden, ist es nicht möglich, Polyäthylen im Papier selbst in der vorteilhaften Weise zu verankern, wie es in der aus der US-PS 2 414 833 bekannten Naßpapierherstellung möglich ist. Versuche, Polyäthylenpulver der Naßpartie einer Papiermaschine zuzuführen, also auf ähnliche Weise wie in der erwähnten US-Patentschrift beschrieben, trafen auf zahlreiche Schwierigkeiten, vor allem die Flotation des Materials infolge seiner niedrigen spezifischen Dichte.

Ziel der Erfindung ist die Schaffung eines porösen, heißversiegelbaren, für Infusionszwecke geeigneten, insbesondere papierartigen Faserbahnmaterials ohne die vorstehend beschriebenen Nachteile, wobei jedoch die Vorteile der faser- und pulverförmigen heißsiegelfähigen Materialien erhalten bleiben. Gleichzeitig soll eine verbesserte Siegelstärke bei geringerem Bedarf an heißsiegelfähigem Material erreicht werden.

Das heißsiegelbare, faserige Infusionspapiermaterial nach der Erfindung ist zur Verwendung in Teeaufgußbeuteln u. dgl. geeignet. Das Bahnmaterial zeigt verbesserte Heißsiegelungsstärke, wenn es in einem Naßpapierherstellungsprozeß aus Fasern zur Papierherstellung und faserlosen, in Wasser dispergierbaren, zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen hergestellt wird. Die Teilchen sind heterogen und können selbst

keine selbsttragende, aus Wasser abgesetzte Bahn bilden. Die Teilchen enthalten mindestens etwa 25 % oder mehr eines granulierten Polyolefins, das in einem sehr zarten, fibrillinen Netz aus einem Trägerharz, beispielsweise aus einem thermoplastischen Vinyl-Copolymeren, fein verteilt und eingebettet ist. Die zusammengesetzten Teilchen werden bei ihrer Bildung durch dynamische Strömungsausfällung des Trägerharzes aus seiner Lösung, in welcher das granulierte Polyolefin dispergiert ist, verfeinert (attenuated) und erhalten eine unregelmäßige Form.

Besonders vorteilhaft ist das heißsiegelbare Infusionspapiermaterial dadurch, daß es heißsiegelfähige Teilchen enthält, die die günstigen Eigenschaften von pulverförmigen, heißsiegelbaren Materialien aufweisen, die jedoch dem Papier einverleibt und in ihm festgehalten werden können. Das Papiermaterial nach der Erfindung zeigt eine gleichförmige, heißversiegelbare Oberfläche, die insbesondere nicht mehr eine nachteilige Rauhheit oder durchscheinende Flecken aufweist, was ein Nachteil von pulverigen Vinyl-Copolymeren enthaltendem Papiermaterial ist.

Ein weiterer Vorteil des heißversiegelbaren Papierbahnmaterials nach der Erfindung liegt in einer verbesserten Heißsiegelungsstärke, einer größeren Widerstandsfähigkeit gegenüber Delamination in heißem oder kochendem Wasser sowie

8

besseren Geschmackseigenschaften, wobei man mit kleineren Mengen an heißsiegelfähigen Teilchen auskommt und keine Verschlechterung der Trockensiegelungseigenschaften auftritt.

Zur Lösung der oben beschriebenen Aufgabe sieht die Erfindung weiterhin heterogene, zusammengesetzte, heißsiegelfähige Teilchen mit verfeinerter (attenuated), nicht granularer Struktur vor, die zur Verwendung in faserigen Infusionspapiermaterialien geeignet sind. Eine besonders vorteilhafte Eigenschaft der Teilchen besteht darin, daß sie mit den Fasern des Papiermaterials verankert werden können und dadurch mit diesen eine feste, mechanische Bindung ausbilden, wobei gleichzeitig die Vorteile von granulierten, heißsiegelfähigen Materialien erhalten bleiben.

Die Erfindung schafft somit in vorteilhafter Weise in Wasser dispergierbare, zusammengesetzte, heißsiegelfähige Teilchen mit sehr feinem, dünnem, verfeinertem (attenuated), unregelmäßigem, knotigem, kettenartigem Aussehen, die besonders gut zur Verwendung als heißsiegelfähige Komponente von ungeleimtem, faserigem Infusionspapiermaterial geeignet sind. Mit besonderem Vorteil wird hierzu ein zusammengesetztes Teilchen verwendet, das aus einer Feststoffdispersion von thermoplastischen Granülen, die in einer unregelmäßigen, netzartigen Anordnung gestreckter, feiner, faserloser, jedoch fibrillin-förmiger Stränge eines anderen, vorzugsweise gegenüber dem erstgenannten nicht mischbaren bzw. inerten (incompatible),

thermoplastischen Trägermaterials feinverteilt und eingebettet sind.

Besonders vorteilhaft ist weiterhin ein heterogenes, zusammengesetztes Teilchen nach der Erfindung, bestehend aus physikalisch unverändertem, granuliertem, heißsiegelfähigem Material, das in ein faseriges Papiermaterial in der Naßpartie einer Papiermaschine einverleibt werden kann. Das Papiermaterial erhält dadurch heißsiegelfähige Eigenschaften und eine verbesserte Siegelungsstärke, wobei granuliertes Material von einem feinen Gitter aus thermoplastischen Trägersträngen eingeschlossen und gehalten wird.

Besonders vorteilhaft ist erfindungsgemäß ein zusammengesetztes, heißsiegelfähiges, eine granulare Komponente enthaltendes Teilchen, das in einen Naßprozeß zur Herstellung von Papier eingebracht werden kann. Die Teilchen nach der Erfindung zeigen keine autoadhäsiven Eigenschaften bei Raumtemperatur bzw. unterhalb von Temperaturen, wie sie für die Heißsiegelung erforderlich sind. Die Teilchen zeigen weiterhin keine Kontraktions- oder Schrumpfeigenschaften beim Erhitzen, wodurch eine Agglomeration vermieden wird und das Papiermaterial, in welchem die Teilchen eingebettet sind, gleichzeitig eine glatte Oberfläche erhält.

2147321

10

Besonders vorteilhaft ist weiterhin ein Verfahren nach der Erfindung zur Herstellung von Papier, das zur Einverleibung von pulverförmigen, thermoplastischen Granülen niedriger Dichte in ein faseriges Papier an der Naßpartie einer Papiermaschine. Das Verfahren nach der Erfindung ermöglicht eine gleichförmige Verteilung und Durchmischung des Pulvers im

209814/1492

II

faserigen Papier und eine außerordentlich gute Haftung durch Verfilzung oder mechanische Verflechtung. Weiterhin ist ein Naßverfahren zur Herstellung von Papier vorgesehen, wodurch ein thermoplastisches Pulver mit einer spezifischen Dichte von weniger als 1,0 in wässriger Phase bei gleichzeitiger Kompensation der Tendenz des Pulvers zum Schwimmen an der Oberfläche in wässriger Phase verteilt werden kann.

Ein weiteres vorteilhaftes Merkmal der Erfindung besteht aus einem Verfahren zur Herstellung von heterogenen, zusammengesetzten Teilchen, bestehend aus in einem verschlungenen oder faserigen Träger eingeschlossenen Granülen. Das Verfahren umfaßt weiterhin optimale und kontrollierte Verfahrensbedingungen und Parameter, die zur Herstellung von in einem Naßverfahren zur Herstellung von Papier verwendbaren Teilchen am besten geeignet sind.

Ein weiteres vorteilhaftes Merkmal der Erfindung besteht aus der Schaffung eines Verfahrens zur Herstellung von zusammengesetzten, thermoplastischen Teilchen der vorstehend beschriebenen Art und seiner nachfolgenden Einverleibung in ein ungeleimtes, faseriges Papier in der Naßpartie einer Papiermaschine, obwohl eine Komponente der zusammengesetzten Teilchen individuell granulierte Eigenschaften behält. Zu diesem Merkmal der Erfindung gehört weiterhin die Schaffung eines Verfahrens, wodurch harzige, heißversiegelnde Teilchen

hergestellt werden, durch die das Ansammeln von Harz an heißsiegelnden Backen auf ein Minimum beschränkt bzw. erheblich reduziert wird, wenn ein die Teilchen enthaltendes Papier zur Herstellung von Infusionspackungen, z.B. Teeaufgußbeutel o. dgl., verwendet wird.

Besonders vorteilhaft ist weiterhin die Erreichung der vorstehend beschriebenen Vorteile in einfacher und ökonomischer Weise vorzugsweise unter Verwendung von Materialien, die nach den entsprechenden FDA-Richtlinien genehmigt sind. Diese Vorteile bestehen insbesondere darin, daß die heißsiegelbaren Infusionspapiermaterialien nach der Erfindung verbesserte Geschmackseigenschaften und ein vorteilhafteres Aussehen sowie ausgezeichnete Heißsiegelungsstärken aufweisen, wobei annähernd ein Drittel des früher benötigten Heißsiegelungsmaterials eingespart wird.

Weitere Vorteile der Erfindung ergeben sich aus dem Zusammenhang oder werden im folgenden beschrieben.

Die Erfindung wird im folgenden mit Hilfe der Abbildungen anhand einiger bevorzugter Ausführungsformen näher beschrieben.

Die beiliegenden Abbildungen zeigen:

Fig. 1 ein Fließbild eines vorteilhaften Verfahrens zur Herstellung der zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen

und des Infusionspapiermaterials nach der Erfindung;

Fig. 2 eine Vergrößerung (38-fach) der zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen nach der Erfindung;

Fig. 3 eine weitere Vergrößerung (60-fach) von nach dem Verfahren der Erfindung hergestellten heißsiegelfähigen Teilchen. Die in der Trägerkomponente eingebettete granulierte Komponente ist in der Figur deutlich erkennbar.

In Fig. 1 ist ein Verfahren zur Herstellung der zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen und des Infusionspapiermaterials schematisch in Form eines Fließbildes wiedergegeben. Wie aus dem Fließbild ersichtlich, werden die gestreckten, verfeinerten (attenuated), zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen aus zwei verschiedenen thermoplastischen Materialien mittels einer Technik hergestellt, die gleichzeitige Ausfällung und Streckung umfaßt. Die zusammengesetzten Teilchen werden in Form flockiger Niederschläge gebildet und zeichnen sich durch die Anwesenheit gestreckter, nicht granulierter Stränge aus, welche auf herkömmlichen Fasern zur Papierherstellung während der Bildung der Papierbahn verankert werden können, wodurch das gewünschte heißsiegelbare Infusionspapier entsteht. Die zusammengesetzten Teilchen sind keine bahnbildenden Fasern und können selbst kein stabiles, ungeleimtes Papier, das zu 100 % aus den Teilchen besteht, bilden. Entsprechend müssen die Teilchen mit anderen Fasern zur Papierherstellung

kombiniert werden, um die gewünschte stabile, faserige Papierstruktur zu ergeben.

Wie weiterhin aus dem Fließbild ersichtlich, wird das Trägerharz in einem für diese Komponente geeigneten Lösungsmittel gelöst und die unlösliche, granulierte Harzkomponente wird anschließend in der Trägerharzlösung dispergiert. Ein Ausfällungsmittel für das Trägerharz wird geeigneten Strömungseigenschaften unterworfen, um die gewünschte Verfeinerung (attenuation) zu erzeugen, beispielsweise durch schnelles Bewegen, Rühren oder andere Scher-Bedingungen oder, in einfacher Weise, durch schnelles Strömen durch eine rohrförmige Niederschlagskammer. Die Harzdispersion wird unter diesen Bedingungen zu dem Ausfällungsmittel gegeben. Wenn das Trägerharz aus der Lösung ausfällt, nimmt es die in Fig. 2 abgebildete gestreckte, fibrillin-förmige Struktur an, die die darin verankerte, ungelöste, thermoplastische, granulierte Komponente in sich trägt. Die granulierte Harzkomponente ist im Trägerharz eingebettet und eingeschlossen und in der Matrix aus dem gestreckten, faserartigen Niederschlag festgehalten. Nach einem Merkmal der Erfindung werden die Granülen physikalisch während des ganzen Ausfällungsschrittes nicht verändert, werden jedoch fest im Trägerharz verankert. Das tatsächliche Aussehen der heißversiegelnden Teilchen ergibt sich am besten aus Fig. 3. Wie man sieht, sind überall in der Trägerharzmatrix diskrete Granülen aus ungelöstem Harz mit willkürlichen Abständen zueinander angeordnet. Wie sich weiterhin aus Fig. 3 ergibt,

liegt das Trägerharz nicht in Form von Strängen gleicher Form und Größe vor. Die Trägermatrix schwankt im Gegenteil weitgehend bezüglich ihrer Form und Größe und scheint aus einer Vielzahl von fibrillin-artigen Strängen zu bestehen, welche sich willkürlich in die Hauptstruktur hinein und aus ihr heraus erstrecken. Infolge der zufälligen Dispersion der granulierten Komponente betten einige Trägerharzstränge das granulierte, thermoplastische Harz ein, während andere vollkommen frei von jeglichen granulierten Teilchen sind. Dieser in hohem Maße den Gesetzen des Zufalls unterworfenen fibrillären Aufbau hat zur Folge, daß die heißversiegelnden Teilchen außerordentlich gut während der Papierherstellung festgehalten werden, obwohl mehr als 20 % der Teilchen einen größten Durchmesser von weniger als 0,4 mm aufweisen und selbst nicht in der Lage sind, ein stabiles, ungeleimtes Papier in Abwesenheit anderer Fasern zur Papierherstellung zu bilden. Die Teilchen können auf leichte Weise in Wasser dispergiert und der Naßpartie einer Papiermaschine in der weitgehend gleichen Weise wie herkömmliche Fasern zur Papierherstellung zugeführt werden. Vorzugsweise werden die Teilchen jedoch so zugeführt, daß sich ein zweischichtiges, heiß versiegelbares Infusionspapiermaterial bildet. Dabei kann angenommen werden, daß die Teilchen aus ihrem wässrigen Dispersionsmedium durch die anfängliche Ablagerung von Fasern zur Papierherstellung filtriert werden, bevor sich das vollständige Papiermaterial gebildet hat oder das Papier vollständig entwässert wird. Die Teilchen werden vorzugsweise in der Nähe einer Oberfläche des Papiers angeordnet und ver-

leihen ihr somit die gewünschten heißversiegelnden Eigenschaften. Dabei ist von besonderem Vorteil, daß die nach der Erfindung hergestellten heißversiegelnden Teilchen besonders günstige Eigenschaften aufweisen. Sie zeigen beispielsweise weitgehend keine Schrumpfung beim Erhitzen im herkömmlichen Papiertrocknungssystem, eine geringe oder keine Neigung zur Agglomeration oder Autoadhäsion sowie Beständigkeit gegenüber einer nachteiligen Durchdringung des Papiermaterials bei heißversiegelnden Temperaturen. Die granulierte Harzkomponente macht etwa ein Viertel und mehr, vorzugsweise etwa die Hälfte des Gesamtgewichts der Teilchen aus. Die Eigenschaften der granulierten, thermoplastischen Materialien machen sich somit im fertigen Papiermaterial während der Heißversiegelung eindeutig bemerkbar.

Die normalerweise festen, synthetischen, thermoplastischen Harze, die als Ausgangsmaterial verwendet werden, sind nicht nur unterschiedlich bezüglich ihrer Zusammensetzung, sondern zeigen im allgemeinen auch einen Grad der Unverträglichkeit. Insbesondere muß das als die granulare Komponente verwendete thermoplastische Material der zusammengesetzten Teilchen in einer Lösung des Trägerharzes unlöslich sein. Anders gesagt muß das Lösungsmittel im Stande sein, das Trägerharz zu lösen, wobei jedoch das granulierte Harz relativ unbeeinflußt, d.h. ungelöst bleibt. Die Trägerharzkomponente muß außerdem leicht aus dem Lösungsmittel unter den erforderlichen Bedingungen ausgefällt werden können, so daß die gewünschte Ver-

feinerung (attenuation) der Teilchen erhalten wird.

Das Fließbild enthält Beispiele für Granulat- und Trägerkomponenten, mit welchen ausgezeichnete Ergebnisse erzielt werden. Die angegebenen Materialien dienen jedoch nur zur Erläuterung und stellen keine Beschränkung im Sinne der Erfindung dar. Das vorzugsweise verwendete Vinyl-copolymere Trägerharz besteht aus einem Copolymeren von Vinylacetat und Vinylchlorid. Das thermoplastische Vinyl-copolymere ist in Aceton gut löslich und kann aus seiner Lösung durch Zugeben zu einem geeigneten Ausfällungsmittel, z.B. Wasser oder Wasser-Aceton, leicht ausgefällt werden. Die im einzelnen verwendeten Polymeren sind nach den entsprechenden FDA-Richtlinien genehmigt. Insbesondere werden Polymere verwendet, die bezüglich ihrer heißversiegelnden Eigenschaften geeignet sind. Im allgemeinen werden normalerweise feste, vollständig synthetische, faserbildende, thermoplastische Harze verwendet, soweit sie Paare oder Gruppen bilden, die die Ausbildung der gewünschten zusammengesetzten, granular-faserigen Struktur der erhaltenen heißversiegelnden Teilchen gestatten. Daher können auch andere Harze in Abhängigkeit von ihrer jeweiligen Weiterverwendung eingesetzt werden, z.B. Polyamide oder verschiedene Nylonharze, Polyvinyl-Zusammensetzungen und Copolymeren, Polyolefin-Zusammensetzungen einschließlich Polyäthylen, Polypropylen sowie der Copolymeren und Polyester.

Zur genaueren Erläuterung wird die Erfindung im folgenden

anhand der nach den entsprechenden FDA-Richtlinien zur Verwendung in Teeaufgußbeuteln o. dgl. genehmigten Vinyl-copolymeren erläutert. Dementsprechend besteht eine bevorzugte granulierte Harzkomponente aus einer Polyolefin-Zusammensetzung des Polyäthylen-Typs und das Trägerharz besteht aus einem Copolymeren, das aus etwa 86 % Vinylchlorid und 14 % Vinylacetat besteht. Dabei ist hervorzuheben, daß eine besondere Form des als Ausgangsmaterial verwendeten Trägerharzes unerheblich ist, weil das Trägerharz während des Verfahrens nach der Erfindung gelöst wird.

Weiterhin ist hervorzuheben, daß die jeweils verwendeten Lösungsmittel und Ausfällungsmittel sich in Abhängigkeit von den jeweils verwendeten Harzen ändern können. In der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besteht das verwendete Lösungsmittel aus Aceton, nicht nur infolge seiner Löslichkeitseigenschaften, sondern auch infolge seiner Anpassungsfähigkeit an den Ausfällungsprozeß, wodurch das Trägerharz lediglich durch Zugabe zu Wasser oder einer Wasser-Aceton-Mischung ausgefällt werden kann.

Die granulierte Harzkomponente bleibt während des teilchenbildenden Ausfällungsprozesses unverändert. Größe, Ausbildung und Eigenschaften der granulierten Harzkomponente können somit entsprechend der Weiterverwendung des Endprodukts ausgewählt werden. Sie besteht vorzugsweise aus einem feinen Pulver eines thermoplastischen, synthetischen Harzes,

wobei ein größerer Teil der Granülen eine Teilchengröße aufweist, welche im wesentlichen kleiner als  $75 \mu$  <sup>ist</sup> beträgt. Mindestens 40 % des Materials soll durch ein 325-Mesh-Sieb passen. Die Größenverteilung der Teilchen schwankt zwischen etwa  $10 \mu$  und etwa  $100 \mu$ , wobei das vorzugsweise verwendete Material sich in der unteren Hälfte dieses Bereichs befindet. Ein mit guten Ergebnissen verwendetes Material der vorstehend beschriebenen Art ist ein Polyolefinpulver, das als "Super Dylan 7120 (J-1)" von der Koppers Chemical Company of Pittsburgh, Pennsylvania, hergestellt wird und bei dem es sich vermutlich um ein Äthylen-butyleng-copolymer handelt. Das Material zeigt eine spezifische Dichte von 0,96 bei  $23^{\circ}\text{C}$  (ASTM D-1505-63T), einen Schmelzindex von 12,0 (ASTM D-1238-62T) und eine Erweichungstemperatur von  $126,7^{\circ}\text{C}$  (ASTM D-1525-58T). Die Form des Materials ist relativ gleichförmig sphärisch bis sphäroid. Das Material zeigt eine nicht-lineare oder willkürliche Molekülkettenorientierung. Mindestens 85 % des Pulvers passen durch ein 100-Mesh-Sieb, mehr als 80 % durch ein 200-Mesh-Sieb und mehr als 40 % durch ein 325-Mesh-Sieb. Das Verhältnis von granulierter Komponente zu Trägerharzkomponente kann erheblich variieren, obwohl im allgemeinen ein Verhältnis bevorzugt wird, wobei die Menge der granulierten Komponente mehr als 20 Gew.-% der erhaltenen zusammengesetzten, heißversiegelnden Teilchen ausmacht, insbesondere wenn die Teilchen zur Herstellung von wärmeversiegelbaren Infusionspapiermaterialien zur Verwendung von Teeaufgußbeuteln u.dgl. verwendet werden sollen. In Tabelle I ist der Effekt auf die

Wärmeversiegelungseigenschaften des erhaltenen Infusionspapiers in Abhängigkeit von verschiedenen Verhältnissen von granulierter Komponente zu Trägerharzkomponente wiedergegeben.

Tabelle I

Eigenschaften eines Infusionspapiers\* bei verschiedener Teilchenzusammensetzung

| <u>Test</u>                 | <u>Verhältnis Polyäthylen : Vinyl-copolymer</u> |              |              |              |
|-----------------------------|---|--------------|--------------|--------------|
|                             | <u>10:70</u>                                    | <u>20:80</u> | <u>25:75</u> | <u>55:45</u> |
| Dämpfung (sek.)             | 65  | 210          | 600+         | 600+         |
| Trocken-Delamination (g/in) | 260   | 305          | 260          | --           |

\* Zweischichtiges Papier. Alle Papiermaterialien enthalten etwa 30 Gew.-% heißversiegelnde Teilchen.

Wie aus Tabelle I ersichtlich, tritt ein merkliches Ansteigen der Heißversiegelungseigenschaften des Infusionspapiers auf, wenn die Konzentration an granulierter Komponente von 20 % auf 25 % und darüber ansteigt. Diese verbesserten Eigenschaften werden erhalten, ohne daß andere Eigenschaften des Papiermaterials nachteilig beeinflußt werden.

Bestimmte Obergrenzen bezüglich des Anteils an granulierter

Harzkomponente in den zusammengesetzten, heißversiegelnden Teilchen können ebenfalls gezogen werden. In Naßverfahren zur Papierherstellung sind heißversiegelnde Teilchen mit einer kleineren spezifischen Dichte als 1,0 unerwünscht. Entsprechend beträgt die Obergrenze für die granulare Komponente etwa 85 %, wenn ein Polyäthylenpulver mit einer Dichte von 0,96 als granulierte Komponente der Teilchen verwendet wird und das vinyl-copolymere Trägerharz eine Dichte von etwa 1,36 aufweist. Oberhalb dieses Prozentsatzes weisen die zusammengesetzten, heißversiegelnden Teilchen eine spezifische Dichte auf, die nahe bei oder weniger als 1,0 beträgt. Die Teilchen neigen dann dementsprechend zum Schwimmen an der Oberfläche. In Wirklichkeit wird in der Praxis ein maximaler Anteil von annähernd 70 - 75 % angewendet. Der maximale Anteil ist auch deshalb vorzuziehen, weil die physikalische Einheitlichkeit der heißversiegelnden Teilchen zwischen 70 - 75 % und 85 % sehr schlecht ist und sehr leicht zerstört werden kann, selbst bei dem niedrigen Grad an Bewegung, wie sie während der Papierherstellung auftritt. Die Zerstörung der heißversiegelnden Teilchen führt zu einem Ausbrechen von im wesentlichen freien Polyäthylengranulänen, wodurch sich Flotations- und Schaumstabilisierungsprobleme in der Papiermaschine ergeben. Zusätzlich führt der hohe Prozentsatz an granulierter Komponente während des Trocknens zu einer schlechten Haftung an den herkömmlichen Fasern des Infusionspapiers, wodurch ein Infusionspapiermaterial entsteht, das eine geringe Trockenversiegelungs-

stärke aufweist.

Gleichzeitig muß darauf hingewiesen werden, daß die Wirtschaftlichkeit des Ausfällungsverfahrens für einen großen Anteil an granularer Komponente spricht, weil dadurch größere Versiegelungsteilchen-Lösungsmittel-Verhältnisse bei der primären Dispersion und höhere Ausstoßraten erreicht werden. Größere Anteile an granulierter Komponente führen zusätzlich zu kleineren Beträgen der Selbstadhäsion während der Entfernung des Niederschlags von versiegelnden Teilchen und vorteilhafterweise zu einer kleineren Teilchengröße der erhaltenen heißversiegelnden Teilchen.

Andererseits weisen kleine Anteile der granularen Komponente Vorteile bei der Papierherstellung auf. Dabei werden nämlich heißversiegelnde Teilchen mit größerer Stabilität während der Papierherstellung erhalten, die leicht dispergierbar sind, so daß geringe oder keine Schwierigkeiten infolge von schwimmendem Material auftreten. Wie aus den in Tabelle I zusammengefaßten Werten ersichtlich, ergibt sich jedoch eine Verschlechterung der Heißversiegelungsstärke der heißversiegelnden Teilchen, wenn der Anteil an granulierter Komponente weniger als 25 % beträgt. Das erhaltene Bindemittel neigt außerdem unterhalb dieser Grenze zur Selbstadhäsion und weist eine größere oder größere Faserstruktur auf, wodurch die im folgenden beschriebenen Grenzen der erwünschten Teilchen-

gröÙe wesentlich überschritten werden. Nach einem weiteren Merkmal der vorliegenden Erfindung liegt das optimale Verhältnis von granulierter zu Trägerharzkomponente zwischen 1 : 3 bis 3 : 1. Innerhalb dieses Verhältnisses wird ein System erhalten, das die vorteilhaften Merkmale sowohl des Verfahrens zur Herstellung der heißversiegelnden Teilchen als auch des Naßverfahrens zur Papierherstellung vereinigt. Dabei ist es selbstverständlich, daß die genauen Verhältnisse der Komponenten sich ändern können, und zwar in Abhängigkeit von den jeweils verwendeten Ausgangsmaterialien, der Wirtschaftlichkeit des jeweils verwendeten Ausfällungsverfahrens, dem die heißversiegelnden Teilchen verwendenden Papierherstellungssystem und den Erfordernissen, die an das herzustellende Infusionspapier gestellt werden. Die vorstehend genannten Bedingungen erwiesen sich jedoch zur Herstellung von Papiermaterialien des Infusionstyps für Teeaufgußbeutel u.dgl. als am besten geeignet.

Die zusammengesetzten, heißversiegelnden Teilchen nach der Erfindung werden hergestellt, indem die thermoplastische Dispersion zu einem Ausfällungsmittel für das Trägerharz unter geeigneten Bewegungsbedingungen zugegeben wird. Im AusfällungsprozeÙ wird das gelöste, synthetische, polymere Material gleichzeitig mit der Ausfällung starken Scher-Bedingungen unterworfen. Das Verfahren bewirkt ein Auseinanderreißen und Strecken des Niederschlags und führt zu verfeinerten (attenuated), heterogen zusammengesetzten Niederschlagsteilchen. Die in der

Trägerlösung physikalisch unverändert bleibende, dispergierte, granulierte Komponente wird während der verfeinerten (attenuated) Ausfällung im Trägerharz fest eingebettet bzw. eingepflanzt, wobei seine Granulateigenschaft erhalten bleibt. Obwohl die Technik des Ausfällens bei gleichzeitiger Scherung einem Verfahren ähnelt, das in der Zelluloseacetatindustrie und bei der Herstellung von faserähnlichen Materialien (fibrids) angewendet wird, weisen die zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen nach der Erfindung keine bestimmten wesentlichen Eigenschaften eines faserähnlichen Materials (fibrids) auf. Die Teilchen nach der Erfindung bilden insbesondere weder eine Papierstruktur, die gegenüber Nässe stabil ist (wet strength integrity), noch weisen sie in Wirklichkeit eine faserige Form auf. Sie sind nicht im Stande, allein ein stabiles, ungeleimtes Papier zu bilden. Genauer ausgedrückt, können Papierbahnen, die nur aus diesen Teilchen bestehen, nicht von einem papierbahnbildenden Sieb entfernt werden und zeigen nach dem Trocknen an der Luft keine oder nur eine geringe Stabilität.

Es ist selbstverständlich, daß die Art und Heftigkeit der Bewegung während des Ausfällens der heißsiegelfähigen Teilchen variiert werden kann, weil die Ausbildung einer faserähnlichen Struktur (fribid formation) nicht erforderlich ist. Die verfeinernden (attenuating) Kräfte müssen jedoch groß genug sein, um dem ausfallenden Harz eine gestreckte, fibrillinförmige Form oder Eigenschaft zu verleihen, wodurch sie in einem Verfahren zur Herstellung von Papier verwendet und im Papier-

material durch herkömmliche Papierfasern verankert werden können. Es ist anzunehmen, daß das Ausbleiben von Schrumpfungserscheinungen der zusammengesetzten Teilchen beim Erhitzen in dem unorientierten Charakter des Trägerharzes begründet ist, welcher sich während des Ausfällungsverfahrens ausbildet.

Die Konzentration des Trägerharzes in seiner Lösung vor dem Ausfällen kann innerhalb gewisser Grenzen variiert werden. Sie wird jedoch im allgemeinen unterhalb von 35 Gew.-% gehalten. Der tatsächlich gebräuchliche Arbeitsbereich liegt bei etwa 10 - 30 Gew.-%, wobei der bevorzugte Bereich für das Vinylcopolymer in Aceton bei etwa 17 - 20 Gew.-% liegt.

Erfnungsgemäß sind zur Erzielung von optimalen Ergebnissen bestimmte Temperatur- und Konzentrationsbedingungen der Ausfällungslösung erforderlich. In der zur näheren Erläuterung herangezogenen bevorzugten Ausführungsform, bei der das Trägerharz in einer Acetonlösung aufgelöst ist, kann ein Ausfällungsmittel verwendet werden, das eine Mischung von Aceton und Wasser enthält, vorausgesetzt, daß die Ausfällungslösung zu weniger als etwa 50 % aus Aceton besteht und eine Temperatur aufweist, die unter der Raumtemperatur, d.h. unter etwa 25°C liegt. Werden eine oder beide dieser, zueinander in Wechselbeziehung stehenden Bedingungen variiert, wird das entstehende zusammengesetzte Teilchen davon betroffen. Eine Acetonkonzentration in der Ausfällungslösung von weniger als etwa 25 % führt beispielsweise zu wirtschaftlich schlechten Ergebnissen im Isolierungs-

system. Die bevorzugte Arbeitskonzentration für die Ausfällungsflüssigkeit beträgt daher zwischen 25 und 50 % Aceton, wobei eine typische Konzentration etwa 38 % beträgt.

Wie bereits ausgeführt, sind Temperaturen von mehr als 25°C unerwünscht. Wird beispielsweise bei einer Temperatur von 30°C gearbeitet, dann erhalten die Teilchen adhäsive Eigenschaften, neigen zur Agglomeration und bilden Teilchen unerwünschter Größe, insbesondere wenn bei niedrigen Konzentrationen an Granulatkomponenten gearbeitet wird. Die Temperatur des Ausfällungsmittels liegt vorzugsweise im Bereich zwischen 0 und 5°C. Diese Temperaturen bewirken eine gute Dispersion des Niederschlags und erleichtern die Filtration der entstehenden zusammengesetzten Teilchen. Das vorzugsweise verwendete Ausfällungsmittel besteht dementsprechend zu etwa 38 % aus Aceton und wird bei einer Temperatur von etwa 0°C gehalten. Unter diesen Bedingungen bleiben die zusammengesetzten, heißversiegelnden Teilchen dispergiert und zeigen keine unerwünschte Selbstadhäsion.

Wie vorstehend erwähnt wurde, hängt die Größe der zusammengesetzten, heißversiegelnden Teilchen von zahlreichen Faktoren ab. Die Teilchengröße sollte im allgemeinen für das Papierherstellungsverfahren und für die Fähigkeit der Papiermaschinen, mit Dispersionen der Teilchen arbeiten zu können, geeignet sein. Im allgemeinen liefern große Teilchen schlechte Dispersionen im Papierherstellungssystem und weisen schlechte Verfilzungs-

und Hafteigenschaften an den Papierfasern während des herkömmlichen Papiertrocknungsprozesses auf. Große, grobe Teilchen ergeben zusätzlich eine relativ rauhe Oberfläche, neigen zum Ausflachen (coining effect) während der Verarbeitung und führen zu nachteiligen, durchscheinenden Flecken im Versiegelungsbereich des Infusionspapiers. Kleine Teilchen ergeben natürlich gute Dispersionen während des Papierherstellungsprozesses und weisen ausgezeichnete Filzungs- und Hafteigenschaften gegenüber dem Papier während des Trockenprozesses auf. Die Teilchengröße nimmt mit zunehmenden Scherkräften während der Ausfällung ab. Die Scherkraft kann sich natürlich mit der Bewegungsgeschwindigkeit des Ausfällungsmittels und dessen Viskosität ändern. Der Zeitraum, in dem der Niederschlag in hohem Maße plastisch und deformierbar ist, beeinflußt die Größe der entstehenden heißversiegelnden Teilchen. Durch Verlängerung der Ausfällungszeit, beispielsweise bei Verwendung eines Ausfällungsmittels, das große Mengen des Polymer-Lösungsmittels enthält, erhalten die Scherkräfte mehr Möglichkeiten zur Strukturzerstörung, wodurch ein heißversiegelndes Teilchen mit geringerer Größe entsteht. Sehr kleine Teilchen, beispielsweise in der Größenordnung von Polyäthylenpulver, sind unerwünscht, weil sie dem Zweck der Erfindung zuwiderlaufen.

Zweckmäßigerweise werden die Teilchen nach der Bauer-McNett-Skala klassifiziert. Die Trennung wird an einer wässrigen Teilchendispersion vorgenommen und wird in Gewichtsprozenten angegeben, die mit Sieben verschiedener Größe erhalten wird. Im

allgemeinen sind Teilchen, die an einem 14-Mesh-Sieb zurückgehalten werden, zur Verwendung bei der Herstellung von heißversiegelbaren Infusionspapiermaterialien aus den vorstehend beschriebenen Gründen unerwünscht, ein Anteil von etwa 1 % der Teilchen ist jedoch tragbar. Teilchen, die von einem 35-Mesh-Sieb zurückgehalten werden, sind ebenfalls nachteilig, jedoch in geringerem Ausmaß; bis zu 10 - 15 % sind tragbar. Die Ausfällungsbedingungen müssen dementsprechend so gewählt werden, daß im wesentlichen keine Teilchen entstehen, die von einem 14-Mesh-Sieb zurückgehalten werden, und daß höchstens etwa 10 % 35-Mesh-Teilchen entstehen. Für die übrigen 90 % der Teilchen ist eine normale Größenverteilung vorzuziehen, wobei die mittlere Größenverteilung etwa der eines 150-Mesh-Siebes entspricht. Ein Paar von Beispielen mit Größenverteilungen von heißversiegelnden Teilchen, welche ausgezeichnete Ergebnisse ergeben, sind in Tabelle II aufgeführt.

Tabelle II

Größenverteilung\* der zusammengesetzten  
Teilchen

| <u>Sieb<br/>Mesh</u> | <u>Siebgröße<br/>(mm)</u> | <u>zurückgehaltene<br/>Teilchen (%)</u> |          |
|----------------------|---------------------------|---|----------|
|                      |                           | <u>A</u>                                | <u>B</u> |
| 14                   | 1.17                      | 0.2                                     | 0.3      |
| 35                   | 0.42                      | 1.3                                     | 10.7     |
| 150                  | 0.10                      | 35.8                                    | 56.2     |
| Pan                  | --                        | 62.7                                    | 35.8     |

\* Bauer-MoNnett-Skala

209814/1492

Es ist selbstverständlich, daß die bei der Scherausfällung erhaltene Teilchengröße bei Verwendung von in der Papierindustrie üblichen Vermahlungsvorrichtungen verkleinert wird, beispielsweise durch den Pulpen-Abscheider nach Jordan. Tatsächlich erweisen sich die starken, hydraulischen Scherkräfte, wie sie in einer Maschine dieser Art auftreten, als vorteilhaft gegenüber der Metall-auf-Metall-Berührung, wie sie in anderen üblichen Vermahlungsvorrichtungen, beispielsweise in Holländern, auftritt. Tabelle III gibt in diesem Zusammenhang den Einfluß der Teilchengröße auf die Eigenschaften des aus diesen Materialien hergestellten, heiß versiegelbaren Infusionspapiers wieder.

Tabelle III

Einfluß der Größe der versiegelnden Teilchen  
auf Eigenschaften des Infusionspapiers\*

|   | Teilchengröße                   |  |
|---|---------------------------------|--|
|   | zurückgehalten von 35-Mesh-Sieb | durch 35-Mesh-Sieb gehend und zurückgehalten von 150-Mesh-Sieb |
| Dampfbeständigkeit (sek.)                 | 400                             | 600+   |
| Trockendelamination (g)                   | 210                             | 210  |
| Siegelpenetration (in.g/in <sup>2</sup> ) | 195                             | 2  |

\* Die versiegelnden Teilchen bestehen aus Polyäthylen-vinyl-copolymer im Gewichtsverhältnis von 55 : 45. Klassifikation nach der Bauer-McNutt-Skala. Es wurden zweischichtige Papiere unter Verwendung eines Papiers mit einem Basisgewicht von

209814/1492

nominal 4,54 kg, von welchem etwa 1,36 kg aus versiegelnden Teilchen bestanden, hergestellt.

Wie aus Tabelle III ersichtlich, zeigen die Teilchen, die von einem 35-Mesh-Sieb zurückgehalten werden, keine so guten Heißversiegelungseigenschaften wie Teilchen, die klein genug sind, um durch ein 35-Mesh-Sieb zu gehen, jedoch groß genug sind, um von einem 150-Mesh-Sieb zurückgehalten zu werden.

Die Ergebnisse für die Siegelpenetration sind besonders wichtig. Bei diesen Versuchen bedeuten große Werte, daß das thermoplastische, versiegelnde Harz die faserige Papierstruktur in hohem Maße durchdringt. Eine Durchdringung dieser Art verursacht das Ansammeln von Harz an den Heißversiegelungs-Backen einer Versiegelungsmaschine. Daraus folgt, daß ein großer Prozentsatz von Teilchen, die an einem 35-Mesh-Sieb zurückgehalten werden, unerwünscht ist. Dieser Effekt macht sich noch deutlicher bemerkbar bei Material, das von einem 14-Mesh-Sieb zurückgehalten wird.

Obwohl die untere Grenze der Teilchengröße variiert werden kann, ist dennoch zu beachten, daß die Teilchen groß genug sein müssen, damit sie von dem faserigen Papiergrund während der Herstellung des Infusionspapiers zurückgehalten werden können. Die vorstehend angegebenen Teilchengrößen beziehen sich auf die Herstellung von Infusionspapier zur Verwendung bei Kaffee- und Teeprodukten. Es gibt jedoch andere Anwendungsbiete, wo die Anwesenheit von größeren Teilchen sich nicht nachteilig auswirkt.

Zur besseren Einschätzung der Form der heterogen zusammengesetzten Teilchen wird auf Fig. 2 und Fig. 3 Bezug genommen, in welchen typische Teilchen nach der Erfindung abgebildet sind. In Fig. 2 ist die verfeinerte (attenuated), fibrillin-förmige Eigenschaft des flockigen Niederschlags deutlich erkennbar. Fig. 3 zeigt dagegen die kettenartigen, knotigen Stränge, die für die zusammengesetzten Teilchen charakteristisch sind. Die Formen einzelner Teilchen wechseln erheblich und zufällig; ihr gestreckter, nicht granulierter Charakter ist ebenfalls deutlich erkennbar. Die zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen werden nach dem Ausfällen gewöhnlich filtriert und gründlich gewaschen, bevor sie zur Weiterverwendung in der Naßpartie einer Papiermaschine von neuem in Wasser dispergiert werden.

Wie bereits ausgeführt, wird das heißsiegelbare Infusionspapiermaterial nach der Erfindung hergestellt, indem eine verdünnte Dispersion von heißsiegelbaren Fasern aus einem Vinyl-Copolymer und mit einer Länge von mindestens 1,59 mm zu einem Eintrag von nicht thermoplastischen Fasern zur Papierherstellung gegeben wird, wenn die Fasern auf dem papierformenden Sieb abgelagert werden. Die Fasern aus Vinyl-Copolymer werden vorzugsweise in den Aufgabekörper einer Papiermaschine gegeben. Sie werden dann auf dem papierformenden Sieb an einer mittleren Stelle entlang des Verlaufs des Siebes zur Fasersammlung abgeschieden.

Die Papiermaschine wird im wesentlichen in üblicher Weise angeordnet. Das Flottenverhältnis der zusammengesetzten Teilchendispersion nach der Erfindung entspricht annähernd den bisher verwendeten Flottenverhältnissen. Die Dispersion wird in einer Weise zum Papierfasereintrag gegeben, daß eine Vermischung der Teilchen und Fasern sowie deren Abscheidung auf dem papierformenden Sieb in der Papiermaschine stattfindet. Wie bereits ausgeführt, werden im allgemeinen die nicht thermoplastischen Fasern zur Papierherstellung zu Beginn auf dem papierformenden Sieb abgeschieden, und zwar an einer Stelle, die in Aufgaberichtung vor derjenigen Stelle liegt, an der die heißsiegelfähigen Teilchen aufgegeben werden. Auf diese Weise wird eine erste Phase oder erste Faserschicht auf dem papierformenden Sieb der Maschine gebildet, so daß eine Oberfläche des entstehenden Infusionspapiermaterials vollständig aus nicht thermoplastischen Fasern zur Papierherstellung besteht. Die Erstschicht des Papiermaterials wirkt somit als Basis zum Aufnehmen und Verankern der zusammengesetzten Teilchen. Die Fasern scheiden sich dann weiterhin zusammen mit den Teilchen ab, wenn das papierformende Sieb durch den Aufgabebehälter bewegt wird, wobei das Abscheiden und Zurückhalten der Teilchen unterstützt wird. Obwohl einige Fasern zur Papierherstellung auf der oberen Oberfläche des entstehenden Papiers zugegen sein können, besteht es hauptsächlich aus den zusammengesetzten, heißsiegelfähigen Teilchen. Daraus folgt, daß die Konzentration der zusammengesetzten Teilchen in der Tiefe des Papierblattes abnimmt. Die erste Ablagerung von Fasern wirkt sowohl als

Filterbett für die Teilchen und als Basis zum Aufnehmen weiterer Fasern. Es ist allerdings zu beachten, daß selbst die erste abgeschiedene Faserschicht äußerst verdünnt ist und auch später an der Dynamik des Systems teilnimmt, wodurch sie sich leicht mit später abgeschiedenen Fasern verfilzt. Obwohl zwischen den zwei Schichten des Papiermaterials keine scharfe Trennungslinie auftritt, ist die untere Oberfläche des Papiermaterials im wesentlichen frei von thermoplastischen Teilchen. Dies ist dann besonders vorteilhaft, wenn das Papiermaterial in heißversiegelnden Verpackungsmaschinen verwendet werden soll. Derartige Maschinen weisen gewöhnlich geheizte, unter Druck arbeitende Backen auf. Dabei ist es wichtig, daß das thermoplastische Material nicht mit den heißen Backen in Berührung kommt, wodurch eine Ansammlung von Harz auf den Backen und eine Beschädigung der Versiegelung vermieden wird.

Nach einem weiteren vorteilhaften Merkmal der Erfindung ist zur Erzielung der gleichen und selbst von verbesserten Heißversiegelungseigenschaften erheblich weniger thermoplastisches Material erforderlich. Die bisher mit einer bestimmten Materialmenge erzielbaren Heißversiegelungseigenschaften lassen sich nunmehr auch dann erreichen, wenn lediglich zwei Drittel der vorher benötigten Heißversiegelungszusammensetzung verwendet werden. Wenn beispielsweise ein Infusionspapier mit einem Gehalt von etwa 3,175 kg pro Ries (480 Blatt, 60,96 x 91,44 cm) an nicht thermoplastischen Fasern hergestellt wird, sind lediglich etwa 0,91 kg pro Ries an zusammengesetzten, heißver-

siegelnden Teilchen erforderlich, um Versiegelungseigenschaften zu erzielen, für die bisher 1,36 kg Fasern aus Vinyl-copolymer pro Ries benötigt wurden.

In Anbetracht der Tatsache, daß die Zusammensetzung aus heißversiegelnden Teilchen in Abwesenheit von Fasern zur Papierherstellung kein stabiles, ungeleimtes Papier bilden kann, ist die Verwendung des zweischichtigen Aufbaus im allgemeinen vorzuziehen. Es ist jedoch auch möglich, die Teilchen mit den Fasern zur Papierherstellung vollständig zu vermischen und die Mischung dann einzusetzen, vorausgesetzt, daß die Teilchen genügend in der Papierstruktur zurückgehalten und nicht aus ihr während der Papierherstellung herausgewaschen werden. Wenn die Zusammensetzung aus heißversiegelnden Teilchen und Fasern zur Papierherstellung gründlich durchmischt wird, ist es erwünscht, die thermoplastische Teilchenzusammensetzung fest im Papier mit feingemahlenen Zellulosefasern zu binden. Andere herkömmliche Bindemittel können ebenfalls erfolgreich verwendet werden.

Das bei der Papierherstellung erhaltene Infusionspapiermaterial weist einen dünnen, porösen und leichten Aufbau auf, ist jedoch von genügender Stabilität, um bei den bei der Herstellung von Teeaufgußbeuteln u. dgl. erforderlichen Verfahrensmaßnahmen nicht zerstört zu werden. Papiermaterialien der vorstehend beschriebenen Art weisen im allgemeinen ein Grundgewicht von etwa 4,08 bis 7,26 kg pro Ries auf und sind in den heißversiegelnden Verpackungsmaschinen leicht bearbeit-

bar.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen erläutert. Die verwendeten Mengenangaben beziehen sich auf das Gewicht.

Beispiel I

Eine Trägerharzlösung wird hergestellt, indem 45 Gewichtsteile eines Vinyl-copolymer-Harzes (14 % Vinylacetat und 86 % Vinylchlorid), das unter der Bezeichnung "VYHH" von der Union Carbide Corporation vertrieben wird, in Aceton gelöst werden. Zu der Lösung werden etwa 55 Gewichtsteile Polyäthylenpulver (Super Dylan 7120 (J-1) Polyäthylenpulver) mit einer spezifischen Dichte von 0,96 zugegeben. Die erhaltene Dispersion wurde durchmischt, um eine Dispersion des Polyäthylenpulvers in der Trägerharzlösung zu erhalten. Die Lösung wurde bei einer Temperatur von etwa 29°C gehalten.

Eine Ausfällungslösung wurde aus etwa 38 % Aceton und 62 % Wasser hergestellt und auf 0°C gekühlt.

In einem Niederschlagsrohr mit konstanter Strömung werden aus den vorstehend beschriebenen Lösungen zusammengesetzte, heißversiegelnde Teilchen, bestehend aus etwa 55 % Polyäthylen und 45 % Vinyl-copolymer, hergestellt. Die Ausfällungslösung wird durch ein zentrales, rohrförmiges Teil mit einer Geschwindigkeit von etwa 5,5 g/min geleitet und die Harz-

36

2147321

suspension wird mit einer Geschwindigkeit von 0,4 g/min zu der strömenden Ausfällungslösung durch ein Loch, das sich an der Seite des Rohrs befindet, gegeben. Die so erhaltenen zusammengesetzten, faserigen Teilchen werden filtriert, mit Wasser gewaschen und zur Weiterverwendung im Papierherstellungsprozeß erneut dispergiert.

Die Dispersion heißversiegelnder Teilchen wird durch einen pulpen Abscheider nach Jordan geleitet und in den Aufgabebehälter einer Papiermaschine gebracht, wobei die Zuführgeschwindigkeit ausreicht, um ein fertiges Papier mit einem 20 gew.-%igen Anteil an heißversiegelnden Teilchen zu ergeben. Das entstandene Infusionspapiermaterial ist von ausgezeichnetem Aussehen, weist eine gute Heiß- und Naßversiegelungsstärke auf, ist geschmacksneutral und in allen übrigen Eigenschaften mit herkömmlichen, heiß versiegelbaren Infusionspapiermaterialien vergleichbar. Das erhaltene Papier wird zur Weiterverarbeitung zu Teeaufgußbeuteln auf den üblichen Form- und Versiegelungsmaschinen verwendet. Die so hergestellten Teeaufgußbeutel weisen ausgezeichnete Heiß- und Naßversiegelungseigenschaften auf.

#### Beispiel II

Das Verfahren nach Beispiel I wird wiederholt, wobei an Stelle des Polyäthylenpulvers ein Polypropylenpulver verwendet wird. Die erhaltenen heißversiegelnden Teilchen werden zur Herstellung eines zweischichtigen, heiß versiegelbaren In-

37

2147321

fusionspapiers mit einer Gesamtkonzentration an thermoplastischen Teilchen von etwa 30 % des Gesamtpapierge wichts verwendet. Das entstandene Papier weist, wie das Papiermaterial in Beispiel I, ausgezeichnete Eigenschaften auf.

2147321

38

Patentansprüche

1. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material zur heißsiegelfähigen Ausrüstung von in Wasser papiermäßig hergestelltem (waterlaid), bahnförmigem Fasermaterial, dadurch gekennzeichnet, daß das in der Naßpartie einer Papiermaschine dem Papiermaterial einverleibbare heißsiegelfähige Material aus zusammengesetzten, heterogenen Teilchen besteht, die ihrerseits mindestens etwa 25 Gew.-% und mehr einer thermoplastischen, granulierten Harzkomponente enthalten, die in einer verfeinerten (attenuated) Trägermatrix aus einem anderen, gegenüber dem ersten inerten (incompatible) oder nicht mischbaren thermoplastischen Harz feinverteilt und fest eingebettet ist, wobei die heterogenen Teilchen in Wasser keine selbsttragende, aus Wasser abgesetzte Bahn bilden können und ihre Größenverteilung so ist, daß mindestens 90 % der Teilchen durch ein 35-mesh-Sieb passen.

2. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Granulatkomponente ein Polyolefinpulver ist, aus dem die Teilchen bis zu etwa 75 % bestehen, wobei das Pulver unter Bildung einer kettenartigen, knotigen Anordnung der Teilchen sich mit der Trägermatrix vereinigt.

209814/1492

2147321

39

3. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägermatrix im wesentlichen aus einem Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymer besteht.

4. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Granulatkomponente 25 % bis 75 % der zusammengesetzten Teilchen bildet und ein Polyolefinpulver enthält, das eine spezifische Dichte von weniger als 1,0, einen Schmelzindex von etwa 12,0 und einen weitgehend gleichförmigen, kugeligen Aufbau aufweist, sowie eine Teilchengrößenverteilung, bei welcher mehr als 80 % der Teilchen durch ein 200-mesh-Sieb und mehr als 40 % durch ein 325-mesh-Sieb passen.

5. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zusammengesetzten Teilchen eine durchschnittliche Größe von etwa 100  $\mu$  aufweisen und etwa 55 Gew.-% thermoplastisches Polyolefin-Granulat aus Polyäthylen- oder Polypropylen-polymeren oder -copolymeren mit einer spezifischen Dichte von weniger als 1,0 und etwa 45 Gew.-% gedehntes Vinyl-Copolymer in verfeinerter (attenuated), fibrillinförmiger Anordnung enthält, wobei das Vinyl-Copolymer das Polyolefin-Granulat kettenförmig verbindet und festhält.

209814/1492  
- 37 -

40

2147321

6. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es in Wasser dispergierbar ist und das Harzgranulat ein kleineres spezifisches Gewicht als 1,0 aufweist, wobei das Verhältnis von granulierter Harzkomponente zu Trägermatrix so gewählt ist, daß die zusammengesetzten Teilchen eine größere spezifische Dichte als 1,0 aufweisen.

7. Thermoplastisches, heißsiegelfähiges Material nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die granulierte Harzkomponente aus einem Polyolefin und die Trägerharzkomponente aus einem Vinylharz besteht.

8. In Wasser abgesetztes, heißsiegelbares, für Infusionszwecke geeignetes Bahnmaterial aus Papierherstellungsfasern, dadurch gekennzeichnet, daß es zusammengesetzte, thermoplastische, heißsiegelfähige Teilchen nach Anspruch 1 bis 7 enthält und daß die zusammengesetzten Teilchen mit den Fasern vermischt und im Bahnmaterial verankert sind, wobei die Teilchen selbst keine selbsttragende, aus Wasser abgesetzte Bahn bilden können und eine Teilchengrößenverteilung aufweisen, bei der etwa 90 % der Teilchen durch ein 35-mesh-Sieb gehen, und die Teilchen aus einzelnen, granulierten Komponenten bestehen, die in einer verfeinerten (attenuated) Trägerharzmatrix feinverteilt und eingebettet sind.

209814/1492

41

2147321

9. Bahnmaterial nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die heißsiegelfähigen Teilchen an einer Oberfläche des Papiermaterials konzentriert sind, ihre Konzentration zum Inneren des Papiers abnimmt und die entgegengesetzte Oberfläche des Papiers im wesentlichen aus Fasern zur Papierherstellung besteht.

10. Bahnmaterial nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die granulierte Komponente der zusammengesetzten Teilchen eine kleinere spezifische Dichte als 1,0 aufweist und während der Papierbildung mit dem Papier verankert ist.

11. Bahnmaterial nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die granulierte Komponente ein thermoplastisches Polyolefinpulver enthält und die Trägermatrix aus einem thermoplastischen, gegenüber der granulierten Komponente inerten (incompatible) Harz besteht, wobei die heißsiegelbaren Teilchen hauptsächlich in der Nähe einer Oberfläche des Papiers angeordnet sind.

12. Bahnmaterial nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die granulierte Komponente 25 bis 75 Gew.-% der zusammengesetzten Teilchen ausmacht und die Trägermatrix aus einem thermoplastischen Harz besteht, welches hauptsächlich aus einem Vinylacetat-Vinylchlorid-Copolymer besteht.

209814/1492

49

2147321

13. In Wasser abgesetztes, für Infusionszwecke geeignetes Bahnmaterial aus Fasern zur Herstellung von Papier und zusammengesetzten, in Wasser dispergierbaren, heißsiegelbaren Teilchen, dadurch ~~gekennzeichnet~~, daß die zusammengesetzten Teilchen mit den Fasern vermischt und im Papiermaterial verankert sind, wobei die zusammengesetzten Teilchen eine größere spezifische Dichte als 1,0 aufweisen und keine selbsttragende, aus Wasser abgesetzte Bahn bilden können, und daß die Teilchen einzelne, granulierte Komponenten enthalten, wobei die granulierten Komponenten eine kleinere spezifische Dichte als 1,0 aufweisen und in einer verfeinerten (attenuated) Trägerharzmatrix heterogen dispergiert und eingebettet sind.

14. Bahnmaterial nach Anspruch 13, dadurch ~~gekennzeichnet~~, daß die granulierte Harzkomponente aus einem Polyolefin und die Trägerharzkomponente aus einem Vinylharz besteht.

15. Verfahren zur Herstellung eines heißsiegelbaren Papiermaterials für Infusionszwecke zur Verwendung in Teeaufgußbeuteln u. dgl., dadurch ~~gekennzeichnet~~, daß Dispersionen aus Fasern zur Papierherstellung und heißsiegelfähigem Material hergestellt werden und daraus ein Papiermaterial gebildet wird, wobei die Dispersion des heißsiegelfähigen Materials durch Dispergieren einer unlöslichen, granulierten Harzkomponente in einer Lösung einer Trägerharz-

209814/1492

43

2147321

komponente hergestellt und die Trägerharzkomponente unter Scherung in Gegenwart der granulierten Komponente ausgefällt wird, wobei zusammengesetzte, heterogene Teilchen entstehen, die infolge ihrer Größe und Eigenschaften zur Ausbildung eines in Wasser selbsttragenden, aus Wasser abgesetzten Papiers nicht befähigt sind, und die Teilchen aus einer fibrillinförmigen Matrix der Trägerharzkomponente bestehen, in der die granulierte Komponente vollständig dispergiert und eingebettet ist.

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerkomponente durch Zugabe der Dispersion zu einem Ausfällungsmittel ausgefällt wird, wobei das Ausfällungsmittel eine Temperatur von weniger als 25°C aufweist und Scherflußbedingungen zur Verfeinerung (attenuation) des Niederschlags gleichzeitig mit seiner Bildung unterworfen sind.

17. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die zusammengesetzten, heterogenen Teilchen Polyolefingranuläten mit einer kleineren spezifischen Dichte als 1,0 in einer Menge enthalten, die zum Herbeiführen der Flotation der Teilchenzusammensetzung nicht ausreicht.

18. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die granulierte Komponente ein kleineres spezifisches Gewicht als 1,0 aufweist und in einer Lösung der Trägerkomponente in einer Menge dispergiert wird, die

209814/1492

2147321

44

etwa 25 bis 75 Gew.-% der zusammengesetzten Teilchen be-  
trägt.

19. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß Fasern aus der Faserdispersion zu-  
nächst als anfängliches, verdünntes, faseriges Grundpapier-  
material abgeschieden wird, bevor darauf die heißsiegelfähigen  
Teilchen unter Bildung eines zweischichtigen Papier-  
materials für Infusionszwecke abgelagert werden.

209814/1492

45  
Leerseite

39 b 4 29-00 AT: 22.09.1971 OT: 30.03.1972

47-

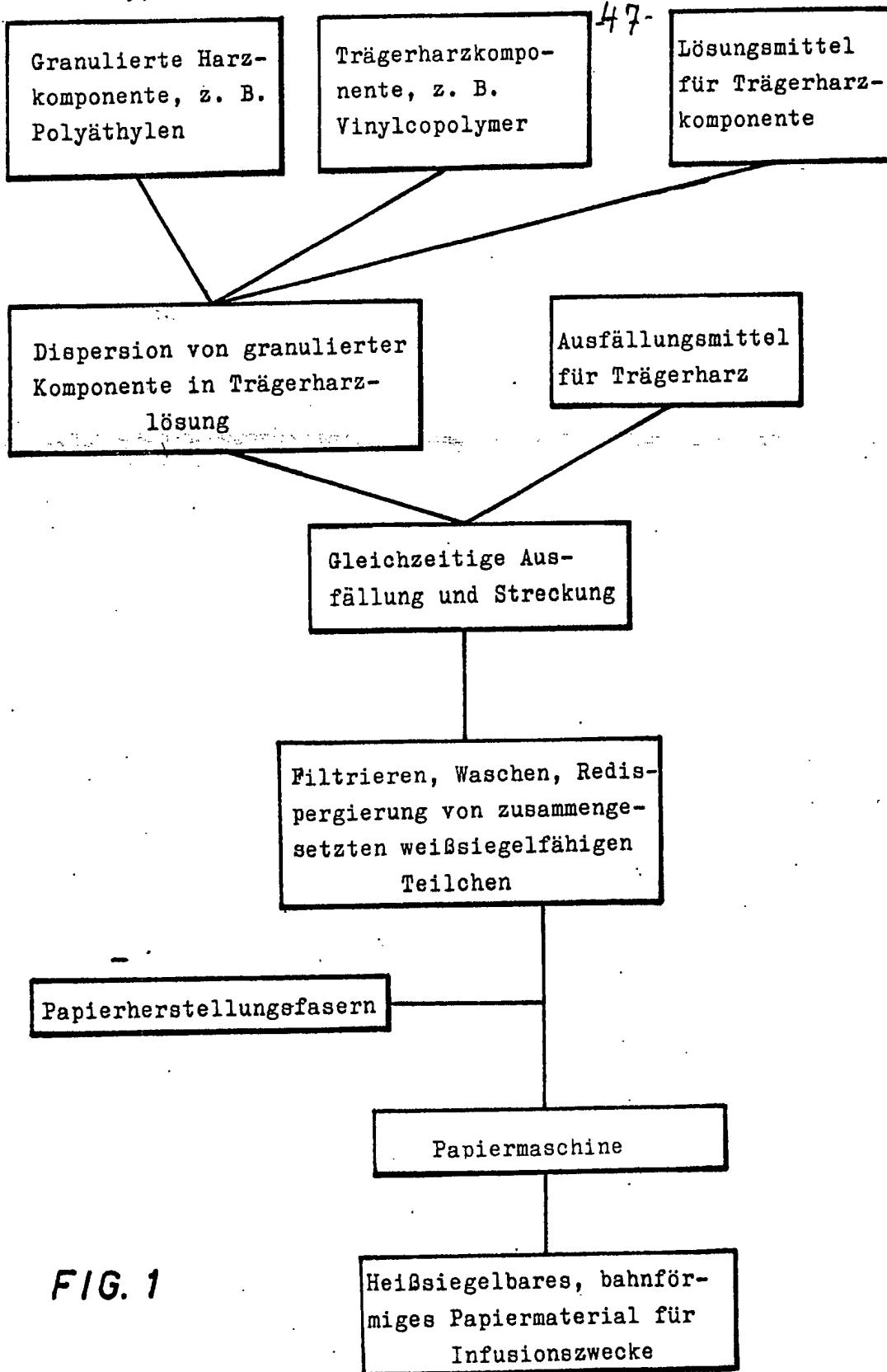


FIG. 1

209814/1492

46

2147321

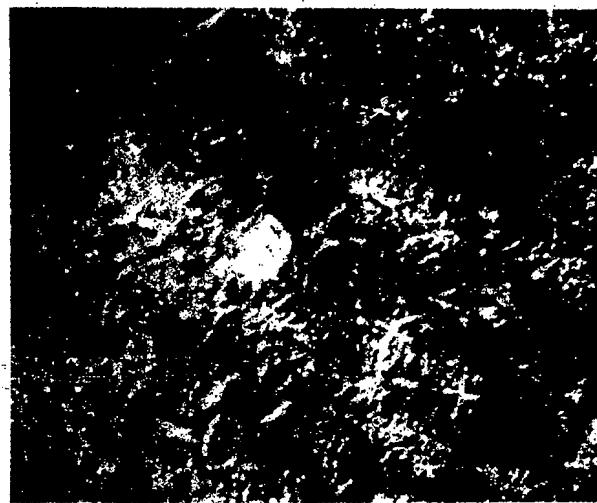


FIG. 2



FIG. 3

209814/1492